

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-233164

(43)Date of publication of application : 10.09.1996

(51)Int.Cl.

F16L 15/04

C23C 8/26

C23C 22/07

(21)Application number : 07-043246

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP  
NIPPON PARKERIZING CO LTD

(22)Date of filing : 02.03.1995

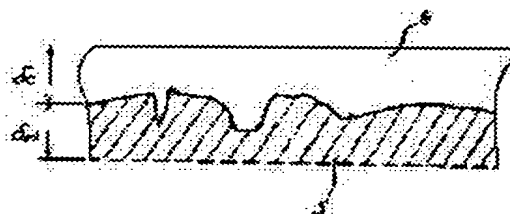
(72)Inventor : TSURU EIJI  
OKA MASAHARU  
NAGAYOSHI HARUYUKI  
NAKAJIMA AKIRA  
HIGUCHI YUKINOBU  
INOUE RYUSUKE

## (54) SCREW JOINT EXCELLENT IN SEIZURE RESISTANCE WITH NO LUBRICANT APPLIED

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide the screw joint excellent in seizure resistance under a condition of no lubricant applied in which any liquid lubricant such as grease and the like is not used at all, and no galling is caused even if the joint is repeatedly fastened and loosened, and furthermore, service performance such as sealing properties and the like are satisfied.

CONSTITUTION: In a pipe screw joint, a phosphoric acid system chemical conversion treatment coated layer 5 or a combination of a nitriding treated layer and the phosphoric acid system chemical conversion treatment coated layer is provided for the contact surface of a box or a pin, concurrently a resin coated layer 6 in which a molybdenum disulfide powder is dispersed so as to be mixed, is formed over the phosphoric acid system chemical conversion treatment coated layer 5, and the thickness of the resin coated layer is made thicker than that of the phosphoric acid system chemical conversion treatment coated layer 5. Or in addition to that, each surface roughness of surfaces faced to each other is made thinner than the thickness of the resin coated layer 6, so that the screw joint is thereby provided, which is excellent in seizure resistance under a condition of no lubricant applied where grease and liquid lubricant are not used when a pin or a box is threadedly engaged.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.11.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 14.05.2002

[Kind of final disposal of application other than

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-233164

(43) 公開日 平成8年(1996)9月10日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
F 1 6 L 15/04			F 1 6 L 15/04	Z
C 2 3 C 8/26			C 2 3 C 8/26	
22/07			22/07	

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平7-43246

(22) 出願日 平成7年(1995)3月2日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(71) 出願人 000229597

日本パーカライジング株式会社

東京都中央区日本橋1丁目15番1号

(72) 発明者 津留 英司

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新

日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(72) 発明者 岡 正春

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新

日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(74) 代理人 弁理士 椎名 彊 (外1名)

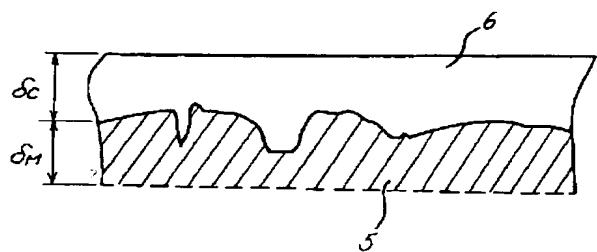
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 グリスなどの液体潤滑剤を一切使用することなく、繰り返しの締め、緩みに対してゴーリングを起こすことなく、かつシール性等の使用性能も満足することが出来る無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手を提供する。

【構成】 管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に、磷酸系化成処理被膜層5あるいは窒化処理層と磷酸系化成処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層6を磷酸系化成処理被膜層上に形成し、樹脂被膜の膜厚を磷酸系化成処理被膜層の膜厚以上とするか、または、それに加えて相対する摺動面の表面粗さを樹脂被膜層の厚さより小さくし、ピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に、燐酸化処理被膜層あるいは窒化処理層と燐酸化処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸化処理被膜層上に形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸化処理被膜層の膜厚以上としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【請求項2】 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に、燐酸化処理被膜層あるいは窒化処理層と燐酸化処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸化処理被膜層上に形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸化処理被膜層の膜厚以上とし、かつ相対する摺動面の表面粗さを前記樹脂被膜層の厚さより小さくし、ピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【請求項3】 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に、厚さ5～30 $\mu$ mの燐酸化処理被膜層あるいは厚さ1～20 $\mu$ mの窒化処理層と厚さ5～30 $\mu$ mの燐酸化処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に、 $0.2 \leq \{ (\text{二硫化モリブデン粉末}) \text{の含有量} \} / \{ (\text{樹脂}) \text{の含有量} \} \leq 9$ の割合に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸化処理被膜層上に厚さ10～45 $\mu$ mに形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸化処理被膜層の膜厚以上としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【請求項4】 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンのいずれか一方の接触表面に、厚さ5～30 $\mu$ mの燐酸化処理被膜層、あるいは厚さ1～20 $\mu$ mの窒化処理層と厚さ5～30 $\mu$ mの燐酸化処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に、 $0.2 \leq \{ (\text{二硫化モリブデン粉末}) \text{の含有量} \} / \{ (\text{樹脂}) \text{の含有量} \} \leq 9$ の割合に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸化処理被膜層上に厚さ10～45 $\mu$ mに形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸化処理被膜層の膜厚以上とし、かつ相対する摺動面の表面粗さを前記樹脂被膜層の厚さより小さくし、ピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【請求項5】 請求項1～4記載の樹脂に腐食抑制剤を分散混合したことを特徴とする無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手に関し、更に詳しくは原油採掘に使用する油井管ネジ継手や採掘された原油を輸送するラインパイプ用ネジ継手において、グリスを塗布しない繰返し締め付け、緩めに対しても継手が焼付くことなく、繰返し使用できる管のネジ継手に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 油井掘削時に使用するチュービングやケーシングには一般にネジ継手が用いられている。これらのネジ継手には使用環境下で内外圧、軸力、曲げ等を複合して被るため、これらの複合荷重下においても継手がリークしないこと、継手が破損しないことが要求される。一方、チュービングやケーシングの降下作業時には一度、締め込んだ継手を緩めることもあり、一般にチュービングで10回、ケーシングで3回の締め緩めに対しても継手が焼き付くことなく使用できることがAPI（米国石油協会）でも望まれている。上記の要求性能を満たすためには、API BUL 5 A 2に述べられているコンパウンドグリスを塗布して継手を締め込むことが現在まで常識化している。ここでのコンパウンドグリスの役割は耐焼付き性の確保とシール性の向上にある。

【0003】 その後、シール性をより向上させる発明として金属対金属接接触部を有する特殊ネジ継手、すなわち、プレミアムジョイントの開発が盛んになされ、種々な形状のシール部を有するプレミアムジョイント（特公昭59-44552号公報、特公平5-41876号公報）が発明されている。このような発明により、継手のガスシール性は管体降伏強度と同等以上にまで向上させるに至った。しかしながら、より優れたシール性を得るには金属接触部に母材の降伏点をも越えるような、より高い面圧を付与しなければならないため、焼付きの中でも修復不可能なゴーリングが発生し易くなり、ゴーリングを防止する研究が盛んに行われるようになってきた。

【0004】 このゴーリング防止対策として、コンパウンドグリスに亜鉛、鉛、銅等の重金属粉、あるいは雲母等の無機物を適切に含有させるグリスの開発やシール部形状に工夫を凝らすことで局部面圧を軽減するもの（特開昭62-209291号公報、特開平4-277392号公報）や、シール面の性状を制御したもの（実公平6-713号公報）や表面処理によりゴーリング性を向上させるもの（特公平3-78517号公報、特開平5-117870号公報、特開昭62-258283号公報、特開昭60-26695号公報、特開昭58-31097号公報、特開昭58-17285号公報、特開昭61-124792号公報、特開昭61-136087

号公報)等がある。係る各特許公報に示す技術もそれなりに効果があり、特に適切な表面処理とコンパウンドグリスを用いることで耐焼付き性も実用的に充分な範囲にまで向上してきた。

【0005】特に、特公平3-78517号公報には油井管ネジ継手に二硫化モリブデンを分散混合させた樹脂被膜を形成されるものが知られている。しかし、係る公報は樹脂被膜層を金属対金属接触部の表面粗さ以下に形成させている。これはコンパウンドグリス塗布を念頭に置いたもので、最終表面の凹凸にグリスが封入される効果を狙ったもので、無グリス潤滑下での締め緩めに対しては下地の表面粗さによる選択的接触により安定した耐焼付き性は得られない。また、経時劣化を最小限にするための下地処理の考えはなく、粗さのみについての言及では長期に亘る安定した耐焼付き性を得ることが出来ないという問題がある。

【0006】更に、特開平6-10154号公報には表面処理前の表面最大粗さと表面処理被膜厚さの関係を規定したものが知られている。しかし、係る公報は金属接触部の隙間を小さくすることでシール性の向上を狙ったものであり、尚かつ、コンパウンドグリスの効果について述べているものの、上記同様無潤滑下の耐焼付き性については全く述べられていない。さらに実施例として述べられている金属系の表面処理では無グリス潤滑下での耐焼付き性が期待できないことは前述したとおりである。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】このような状況のもとに、近年の研究として塗布したグリスがメイクアップ(締め付け)中に高圧になり使用性能を劣化させること(特開昭63-210487号公報、特開平6-11078号公報)やコンパウンドグリスに含有されている重金属分に起因した環境汚染問題などが取り上げられ、重金属分を含まないコンパウンドグリスの商品化などコンパウンドグリスに関わる問題が生じ始めた。1991年に制定されたAIP RP5C5にも継手性能に及ぼすグリス量やグリス圧力の問題を評価するプログラムとなっている。それにも増して、コンパウンドグリスの塗布作業は作業環境を悪化させると同時に作業効率をも低下させている。従って、このようなコンパウンドグリスを一切用いることなく、従来の性能、特にゴーリング性を確保できれば上述した問題点を一掃できる画期的なネジ継手となる。それにも拘らず、コンパウンドグリスを用いざるを得ないのは完全無グリス潤滑下では従来の技術ではゴーリング性が数段劣化することにあつた。

【0008】上述のような問題を解消するべき、発明者らは鋭意研究を重ねた結果、従来において継手メイクアップ前に塗布していたコンパウンドグリスなどの液体潤滑剤を一切使用することなく、繰り返しの締め、緩めに対してゴーリングを起こすことなく、かつシール性等の

使用性能も満足することが出来る管ネジ継手を提供することにある。その発明の要旨とするところは、

(1)雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に、燐酸系化成処理被膜層あるいは窒化処理層と燐酸系化成処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸系化成処理被膜層上に形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸系化成処理被膜層の膜厚以上としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【0009】(2)雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に、燐酸系化成処理被膜層あるいは窒化処理層と燐酸系化成処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸系化成処理被膜層上に形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸系化成処理被膜層の膜厚以上とし、かつ相対する摺動面の表面粗さを前記樹脂被膜層の厚さより小さくし、ピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【0010】(3)雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に、厚さ $5\sim 30\mu\text{m}$ の燐酸系化成処理被膜層あるいは厚さ $1\sim 20\mu\text{m}$ の窒化処理層と厚さ $5\sim 30\mu\text{m}$ の燐酸系化成処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に、 $0.2\leq \{(\text{二硫化モリブデン粉末})\text{の含有量}\} / \{(\text{樹脂})\text{の含有量}\} \leq 9$ の割合に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸系化成処理被膜層上に厚さ $10\sim 45\mu\text{m}$ に形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸系化成処理被膜層の膜厚以上としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【0011】(4)雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし金属接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンのいずれか一方の接触表面に、厚さ $5\sim 30\mu\text{m}$ の燐酸系化成処理被膜層、あるいは厚さ $1\sim 20\mu\text{m}$ の窒化処理層と厚さ $5\sim 30\mu\text{m}$ の燐酸系化成処理被膜層を設けると共に、二硫化モリブデン粉末を樹脂に、 $0.2\leq \{(\text{二硫化モリブデン粉末})\text{の含有量}\} / \{(\text{樹脂})\text{の含有量}\} \leq 9$ の割合に分散混合した樹脂被膜層を該燐酸系化成処理被膜層上に厚さ $10\sim 45\mu\text{m}$ に形成し、前記樹脂被膜の膜厚を該燐酸系化成処理被膜層の膜厚以上とし、かつ相対する摺動面の表面粗さを前記樹脂被膜層の厚さより小さくし、ピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れた

ネジ継手。

(5) (1)～(4)記載の樹脂に腐食抑制剤を分散混合したことを特徴とする無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手にある。

【0012】

【作用】以下、本発明について図面に従って詳細に説明する。図1に本発明を適用した継手構成部材の概略図を示す。図1に示すように、継手部材であるボックス1とピン(鋼管先端継手部)2について、それぞれの継手部材を構成するネジ部3および金属-金属接触部4に対して、ボックス1のみ、あるいはボックス1とピン2の接触界面に燐酸マンガン系化成処理被膜層または下地窒化処理と燐酸マンガン系化成処理被膜層および樹脂被膜層を施し、継手螺合中には係る表面処理層と相対する母材表面が摺動する。図2は各継手構成部材の組立構成を示す図である。図2に示すようにボックス1とピン2を嵌合させ、それぞれのネジ部3、金属-金属接触部4に高面圧を付与しつつ摺動させる。このような構造において、一般に継手径が大きくなるほど耐焼付き性が厳しくなるものである。そこで、例えば10回の締め緩めに対して、ゴーリングを起こさないことが要求されるチュービングサイズの最大径、 $\phi 178\text{ mm}$ の金属対金属接触部を有するプレミアムジョイントに対して耐焼付き性の評価試験を行った。

【0013】図3は各種表面処理とゴーリング発生時の回数との関係を示す図である。図3に示すように、亜鉛メッキ、銅メッキ、錫メッキ、燐酸塩処理、サンドブラストを施したボックスと機械加工のままのピンに潤滑剤を塗布することなく、締め緩めを行った場合の各種種類の焼付き発生回数を示しており、最も耐焼付き性に優れると言われる銅メッキでさえも僅か3回目でゴーリングが発生し、無潤滑下で耐ゴーリング性を確保することがいかに難易度の高い技術であることが判る。何故ならば、通常プレミアムジョイントはガスシールを行うために金属対金属接触部に600MPaにも及ぶ母材自身の降伏点をも越えるような高面圧を発生し、継手のメークアップ、ブ레이크アウト中には係る高面圧下で金属同士が摺動するからである。

【0014】そこで、発明者らは高面圧下での潤滑機能に優れる二硫化モリブデンに着目し、油井管ネジ継手に関する固体潤滑被膜の研究に取り組んだ。一般に潤滑剤の潤滑効果は使用条件、すなわち、面圧、摺動速度、潤滑剤の種類及び有無、面性状及び温度等によって大きく異なることも知られている。二硫化モリブデンにおいても、その使用方法により極めて優れた耐焼付き性を発揮したり、通常のグリス潤滑よりも劣る場合があることが知られている。特に二硫化モリブデンの場合、その下地処理とバインダー(結合剤)が潤滑性の良否を左右すると言っても過言ではない。

【0015】以上の理由から耐焼付き性の評価に当たっ

ては実継手を用いることが最も望ましいわけであるが、まずは被膜潤滑性の相対比較を行う観点からピン-オン-ディスクタイプの焼付き評価試験機を開発し、小型サンプルによる評価を行った。ここでバウデン摩擦試験機等の既存の焼付き評価試験機を用いず、独自の試験機で評価に当たったことは、前述のように被膜の耐焼付き向上効果は使用環境によって大きく異なるためである。プレミアムジョイントの場合、接触面圧が前述のように非常に大きいため、小型試験においても係る高面圧を付与する必要があるからである。図4に本発明での試験の概要を示す。以下にサンプル及び実験条件を示す。

【0016】

ピン 試験面の形状: R24mm  
 ディスク 外径:  $\phi 250\text{ mm}$   
 表面粗さ: 0.007mm  
 試験条件 負荷重: 230kg  
 摺動速度: 5mm/min  
 回転直径: 178mm  
 温度: 20℃  
 潤滑剤: なし

【0017】ここで言うピンに耐焼付き性のある被膜を施し、例えば実継手のボックスを想定し、ディスクには例えば実継手のピンを想定し、実継手同等の旋盤加工による表面粗さを付与した。一回転当たりの摺動距離は178mm外径のパイプに相当し、実継手で許される最大の摺動速度で実継手同等の高面圧を付与した。更に特徴的なことはグリスなどの潤滑剤を一切用いることなく、耐焼付き性を評価したことにある。まず、発明者らは既存の金属メッキをマトリックスに二硫化モリブデンを分散混合した表面処理、いわゆる分散メッキの評価を行った。その結果を図5に示す。すなわち、図5は分散メッキによる表面被膜の種類と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図であり、この図より分散メッキの耐焼付き性はマトリックス金属の耐焼付き性に大きく左右され、二硫化モリブデンの分散効果は殆ど現れず、むしろ、金属マトリックス単体の耐焼付き性の方が優れる場合が多いことが判る。これは高面圧特有の現象であり、軽荷重下では一般的に言われるように二硫化モリブデンの効果が現れ、分散メッキの方が優れた耐焼付き性を呈したものである。

【0018】次に、ポリアミドイミド、エポキシ、フラン等の樹脂をバインダーに二硫化モリブデン粉末を分散混合させたコーティングの評価結果を図6に示す。すなわち、図6は各種樹脂に二硫化モリブデン粉末を分散混合させた被膜と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図であり、ここで下地処理としては燐酸マンガン系化成処理を施した。かかる被膜の耐焼付き性は従来最も優れていると言われていた銅メッキの10倍以上の耐焼付き性を呈し、一時的に設定していた最大試験摺動距離80mに達してもコーティングすることはなかった。バインダ

一の種類による耐焼付き性の有意差が明確に現れ、ポリアミドイミド、エポキシ、フランの順に優れていることが判った。これは樹脂自身の引張強度、衝撃値と関係するものである。

【0019】しかも、上述の有機樹脂が、 $0.2 \leq \{(\text{二硫化モリブデン粉末})\text{の含有量}\} / \{(\text{樹脂})\text{の含有量}\} \leq 9$ の割合に分散混合した樹脂被膜層を下地処理である磷酸系化成処理被膜層上に厚さ $10 \sim 45 \mu\text{m}$ に形成せしめる必要がある。二硫化モリブデン粉末と有機樹脂バインダーの組成比が $0.2$ 未満の場合には、形成される固体潤滑被膜層の目的とする潤滑機能の向上効果が得られ難く、また、組成比が $9$ を越える場合には、形成された固体潤滑被膜層の密着性が劣化し、特に被膜層からの二硫化モリブデン粉末の剥離が著しい等の欠点を生じるので好ましくない。従って、固体潤滑被膜層を形成するために使用される処理剤の必須含有成分である二硫化モリブデン粉末と有機樹脂バインダーの含有組成比は $0.2 \sim 9$ の範囲とする。

【0020】これらの樹脂被膜層を下地処理された磷酸系化成処理被膜層上に厚さ $10 \sim 45 \mu\text{m}$ 形成させるもので、この被膜厚さが $10 \mu\text{m}$ 未満の場合には、本発明の目的とする潤滑性能向上の効果が少なく、特に鋼管継手のメークアップとブレイクアウトの繰り返し使用回数が減少する等の問題を生ずるので好ましくない。一方、該被膜層の厚さが $45 \mu\text{m}$ を越える場合には、潤滑機能向上効果が飽和するとともに、経済的に不利である。むしろ、固体潤滑被膜層の密着性が劣化する傾向が増加し、該被膜層の剥離によるムシレの発生する原因になるので好ましくない。従って、樹脂被膜層の厚さは $10 \sim 45 \mu\text{m}$ の範囲、好ましくは $15 \sim 40 \mu\text{m}$ の範囲に規制した。

【0021】また、コーティングの下地処理は二硫化モリブデンの特長を活かす最も重要な要素であるため、耐焼付き性に及ぼす下地処理の影響を評価したものが図7である。すなわち、図7は各種下地処理した場合の樹脂に二硫化モリブデン粉末を分散混合させた表面被膜と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図であり、ここでは下地処理として磷酸マンガン系化成処理、窒化処理、サンドブラスト、無処理について評価試験を行った。その結果、耐焼付き性は磷酸マンガン系化成処理、窒化処理、サンドブラスト、無処理の順に優れ、下地処理なしの場合は銅メッキ程度の耐焼付き性しかないことが判った。また、窒化後磷酸マンガン系処理をすることで耐焼付き性は最も安定する。もう一つの注目すべきことは、下地処理にサンドブラストを用いた場合、二硫化モリブデンの効果に非常にばらつきがでることである。これはグリス潤滑剤を伴わない焼付き試験ではサンドブラストによる凹凸の凸部が選択的に相手金属と接触し、樹脂被膜が部分的に損耗し、金属同士の凝着が起こりゴリング性は発生し易くなるものと考えられる。

【0022】このメカニズムに着目し、磷酸マンガン系化成処理について被膜厚さの効果を検討したところ、厚さ $5 \sim 30 \mu\text{m}$ の磷酸系化成処理被膜層を設けることが最適であることが判った。すなわち、磷酸系化成処理被膜層の厚さが $5 \mu\text{m}$ 未満では化成処理被膜層の均一被膜性が十分でなく、固体潤滑被膜層に対する十分な密着性向上効果、特に腐食環境に長時間曝された場合の密着性、所謂経時後の密着性向上効果が得られにくく、また、固体潤滑被膜層が消耗後の潤滑性能が良くなく、本発明の目的とする鋼管継手の耐ゴリング性の向上効果が不十分である。一方、磷酸系化成処理被膜層が厚さ $30 \mu\text{m}$ を越えて生成される場合には、二次結晶が生成される傾向が著しく、該被膜自体の密着性が劣化するとともに、樹脂被膜層の密着性も劣化させるので好ましくない。従って、本発明においては、磷酸系化成処理被膜層が厚さは $5 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲、好ましくは $10 \sim 25 \mu\text{m}$ の範囲に限定した。

【0023】さらに、本発明においては、必要に応じて磷酸系化成処理被膜層、特に磷酸マンガン系化成処理被膜層のさらなる付着強度の向上、あるいは、この被膜層の均一な生成が阻害される鋼成分の鋼管継手に対する磷酸マンガン系化成処理被膜層の均一な生成促進および樹脂被膜層の消耗後の潤滑効果の長時間に亘る確保を目的として、拡散処理による窒化処理層が磷酸マンガン系化成処理被膜層の下地処理層として設けられる。而して、これらの作用、効果を得るためには下地窒化処理層の厚さは $1 \mu\text{m}$ 以上 $20 \mu\text{m}$ 以下の範囲に限定される。この下地窒化処理層の厚さが $1 \mu\text{m}$ 未満の場合には、窒化処理層に欠陥部が多く生成されるため、上記の効果が得られにくく好ましくない。一方、下地窒化処理層の厚さが $20 \mu\text{m}$ を越える場合には、上述した効果が飽和するとともに、むしろ窒化層の硬度が高いために、その厚さ増加による鋼管継手の材質変化をもたらすため好ましくない。従って、本発明においては下地窒化処理層の厚さは $1 \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲、好ましくは $5 \sim 15 \mu\text{m}$ の厚さに限定される。

【0024】図8は磷酸処理の膜厚と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図である。この図に示すように磷酸マンガン系化成処理の厚さと樹脂被膜の厚さには、より優れた耐焼付き性を発揮できる特定の傾向があり、化成処理の厚さ以上に樹脂被膜を形成させることである。この組合せが効果的な理由として、前述のサンドブラストの下地処理と同じメカニズムで化成処理を施した場合も化成処理膜厚相当の凹凸が表面に現れていることが判った。従って、選択的接触を防ぐ目的からも化成処理膜厚以上に樹脂被膜をコーティングさせる必要がある。また、磷酸系化成処理を施すことなく、表面粗さのみをサンドブラストなどを設け、その粗さを樹脂被膜厚さ以下にした場合もかなりの効果が得られるが、次に理由から磷酸系化成処理を施した方が好ましい。

【0025】このように、下地処理を磷酸系化成処理層に特定した理由として、サンドブラストなどの下地処理に比べ、磷酸系化成処理は樹脂被膜との密着性の点で経時劣化を起こしにくいことと、施工性上の問題である。経時劣化について下地処理に磷酸マンガン系化成処理を用いたものとサンドブラストを用いたものに同様の樹脂被膜を形成し、水中に1ヶ月浸漬後、密着状況を観察したところ、磷酸マンガン系化成処理をしたものには変化がなかったものの、サンドブラストをしたものには樹脂被膜の浮き上がりが観察されるものもあり、特に湿潤環境下での保存及び使用に問題のあることが判った。施工性の点ではサンドブラストを下地処理として用いた場合、サンドブラスト後望ましくは30分以内にコーティング処理を行う必要があるが、製造現場ではライン構造上、不可能な場合も多い。これに対して、磷酸マンガン系化成処理の場合、処理後2週間放置後樹脂被膜を施しても実使用上問題のないことが確認された。

【0026】グリス潤滑を用いない場合のもう一つの劣化性能として金属密封部のガスシール性がある。無潤滑下でのガスシール性を評価するために継手に10回の締め緩めを繰り返した後、API RP 5C5の荷重条件に則って、ガスシール性の評価を試みた。その結果、従来グリス潤滑をしていた場合と同様の加工公差範囲内での評価試験でも継手はリークすることはなかった。これは耐焼付き性を確保するために形成した下地処理の膜厚以上の樹脂膜厚により、実質上のシールを行う金属接触部界面の凹凸が極めて滑らかになり、尚かつ相対する摺動面との隙間にも樹脂が密封されるため、グリスを用いなくても優れたシール機能が発揮できるものである。

【0027】図9は本発明に係る樹脂被膜の膜厚と磷酸系化成処理被膜層の膜厚との関係を示す図である。本発明の目的を達成する鋼管継手の表面状態としては、図9に示すように、磷酸系化成処理被膜層5あるいは窒化処理層と磷酸系化成処理被膜層の膜厚 $\delta_M$ と、これら下地処理層上に形成した二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層6の膜厚 $\delta_C$ とすると、 $\delta_M < \delta_C$ の関係に成るように形成させることにある。すなわち、樹脂被膜層の膜厚 $\delta_C$ を磷酸系化成処理被膜層あるいは窒化処理層と磷酸系化成処理被膜層の膜厚 $\delta_M$ より大きくする必要がある。これより小さい場合には、本発明の目的である耐焼付き性を維持することができないばかりか、シール性を維持することができなくなる。また、この磷酸系化成処理被膜層の膜厚 $\delta_M$ は前述した5～30 $\mu\text{m}$ 、樹脂被膜層の膜厚 $\delta_C$ は10～45 $\mu\text{m}$ であるから、この両者において常に $\delta_M < \delta_C$ を保つ条件で形成させる必要がある。

【0028】次に、継手の金属接触部の耐焼付き性を向上させる方法に接触界面を意識的に機械加工により粗くしたり、あるいはサンドブラストを施し、他の表面処理を用いずに耐焼付き性を向上させることは一般に用いら

れている手段でコンパウンドグリスを塗布した環境下では一定の効果を上げてきた。しかし、この摺動相手材の表面性状の効果をグリス無潤滑下で評価したものはなく、ここにグリス無潤滑下での銅メッキを施した母材に対してサンドブラストにより表面を $R_{\text{max}} = 30\mu\text{m}$ に処理したピンを締め緩めを繰り返した場合の結果を図10に示す。すなわち、図10は摺動相手材にサンドブラストを施した場合の各種表面処理とゴ어링発生時の回数との関係を示す図で、この図に示すように、摺動相手材の表面にサンドブラストを施した方が耐焼付き性が劣化することが判る。この理由として、表面を粗くすることの効果は表面を粗くすることにより接触界面に隙間を設け、その隙間にコンパウンドグリスを封入し、潤滑効果を向上させることにあるわけで、グリス無潤滑下ではこの効果がないばかりか、唯一の耐焼付き性の機能を有する表面処理をサンドブラストの凹凸により損耗させてしまうからである。

【0029】図11は本発明に係る樹脂被膜の膜厚と磷酸系化成処理被膜層の膜厚及び相対する摺動面の表面粗さとの関係を示す図である。本発明の目的を達成するための第2の発明であって、図11に示すように、磷酸系化成処理被膜層5あるいは窒化処理層と磷酸系化成処理被膜層の膜厚 $\delta_M$ とこれら下地処理層上に形成した二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層6の膜厚 $\delta_C$ との間に、 $\delta_M < \delta_C$ の関係があり、かつ、相対する摺動面7の表面粗さ $R_{\text{max}}$ とすると $R_{\text{max}} < \delta_C$ の関係が成り立つように $R_{\text{max}}$ を決めることにある。すなわち、相対する摺動面の表面粗さ $R_{\text{max}}$ が樹脂被膜層の膜厚 $\delta_C$ より大きいと本発明においては、グリス又は液体潤滑剤がないことからリークを起こし、本発明の目的を達成することができない。また、この表面粗さ $R_{\text{max}}$ は1～25 $\mu\text{m}$ の範囲とする。1 $\mu\text{m}$ 未満では継手の生産効率に影響を与えるため、また、25 $\mu\text{m}$ を越えると潤滑剤が無いために焼付けを起し、シール性を劣化させる。従って、相対する摺動面の表面粗さ $R_{\text{max}}$ は1～25 $\mu\text{m}$ の範囲が望ましい。その作用、効果を図12及び図13に示す。

【0030】図12は本発明に係る樹脂膜厚みと表面粗さにおける耐焼付き性との関係を示す図である。すなわち、磷酸マンガン系化成処理を下地処理に二硫化モリブデンをポリアミドイミド樹脂に分散混合した場合の初期の樹脂被膜厚と10回の締め緩め後の樹脂被膜厚を示したものである。相対する摺動面の表面粗さが粗いほど残存膜厚が小さくなり、耐焼付き性が劣化することが判る。図13は相対する摺動面粗さでのメーク・ブレイク回数と樹脂被膜厚みの減少過程を示す図で、締め緩めを繰り返したときの樹脂膜厚の減少過程を示している。この図より、総損耗量が相対する摺動面の粗さと同等になるあたりから、損耗は減少する傾向にある。従って、耐焼付き性を安定的に得るには樹脂被膜の膜厚を相対する

摺動面の粗さ以上に設計する必要がある。

【0031】更に、二硫化モリブデンを唯一の分散粒子とした樹脂被膜を用いることはグリス潤滑無しの場合、必須条件であったが、係る分散粒子を用いた場合の弊害としてSが水分中などの水素と結び付き、硫化水素を生成し、特に母材が高強度の場合、硫化物応力腐食割れを誘発すると言うものである。このような問題に対処するために、樹脂中に2-ポリメリクリンセード、1-トリエチレントリアミノイミダゾリン(2-polymericlinseed, 1-triethylenetriaminoimidazoline)などの腐食抑制剤を分散させることで耐焼付き性を維持したまま硫化物応力腐食割れを防止することができるものである。

【0032】

【実施例】鋼管の継手部分である図1に示す継手部材であるボックスとピンについて、それぞれの継手部材を構成するネジ部および金属-金属接触部に対して、下地処

理としてボックスの接触界面に磷酸マンガン系化成処理被膜層または下地窒化処理層と磷酸マンガン系化成処理被膜層ないしはサンドブラスト処理を行い、樹脂被膜として二硫化モリブデンとポリアミドイミド樹脂、エポキシ系樹脂及びフラン系樹脂を所定の組成比で構成された固体潤滑剤を塗布し、樹脂被膜の膜厚を変えて設けた。また、相対する摺動面の粗さを変えたときのゴーリング発生回数を表1に示す。その結果、表1に示すように、最高20回までのグリス潤滑を伴わない実継手の締め緩め試験で本発明の効果の高いことを明確に現している。このようにグリス無潤滑下では摺動面のやすり効果が顕著に現れるため、二硫化モリブデンを樹脂に分散混合させた樹脂被膜を用いる場合、樹脂被膜厚を下地処理の膜厚以上に形成すると同時に相対する摺動面の面粗さを前述したように樹脂被膜厚以下に形成させる必要がある。

【0033】

【表1】



表 1

	下地処理 (被膜厚さ)	樹脂被膜 (膜厚)	相対摺動面 の表面粗さ	ゴーリング 発生回数	備考
1	窒化 磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 2 $\mu$ m 25 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 28 $\mu$ m	7 $\mu$ m	20回以上	本 発 明
2	窒化 磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 2 $\mu$ m 25 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 5 $\mu$ m	20 $\mu$ m	5回	比 較 例
3	窒化 磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 2 $\mu$ m 25 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 7 $\mu$ m	7 $\mu$ m	8回	
4	窒化 磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 2 $\mu$ m 7 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 20 $\mu$ m	7 $\mu$ m	20回以上	本 発 明
5	磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 7 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 25 $\mu$ m	7 $\mu$ m	20回以上	
6	磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 7 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 15 $\mu$ m	3 $\mu$ m	20回以上	
7	窒化 磷酸亜鉛系化成 処理被膜厚さ 2 $\mu$ m 15 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 28 $\mu$ m	7 $\mu$ m	20回以上	
8	サンドブラスト 30 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 20 $\mu$ m	7 $\mu$ m	7回	比 較 例
9	サンドブラスト 20 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ ポリアミドイミド樹脂 28 $\mu$ m	7 $\mu$ m	12回	
10	磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 7 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ エポキシ系樹脂 25 $\mu$ m	7 $\mu$ m	20回以上	本 発 明
11	磷酸マンガン系化成 処理被膜厚さ 7 $\mu$ m	二硫化モリブデン/ フラン系樹脂 25 $\mu$ m	7 $\mu$ m	20回以上	

## 【0034】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によるネジ継手は、ボックスまたはピンの接触表面に磷酸系化成処理被膜層あるいは窒化处理層と磷酸系化成処理被膜層を設け、この磷酸系化成処理被膜層上に樹脂被膜層を形成し、この樹脂被膜の膜厚を磷酸系化成処理被膜の膜厚以上とするか、また、更に加えて、この樹脂被膜の膜厚を相対する摺動面の表面粗さ以上としたことにより、従来において継手メークアップ前に塗布していたコンパウンドグリスなどの液体潤滑剤を一切使用することなく繰返し締め、緩めに対してゴーリングを起こすことなく、かつシール性等の使用性能も満足することが出来る極めて優れた管ネジ継手を得ることができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を適用した継手構成部材の概略図、  
 【図2】各継手構成部材の組立構成を示す図、  
 【図3】各種表面処理とゴーリング発生時の回数との関係を示す図、  
 【図4】本発明での試験の概要を示す図、  
 【図5】分散メッキによる表面被膜の種類と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図、  
 【図6】各種樹脂に二硫化モリブデン粉末を分散混合させた被膜と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図、  
 【図7】各種下地処理した場合の樹脂に二硫化モリブデン粉末を分散混合させた表面被膜と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図、

【図8】 磷酸系化成処理の膜厚と焼付きまでの摺動距離との関係を示す図、

【図9】 本発明に係る樹脂被膜の膜厚と磷酸系化成処理被膜層の膜厚との関係を示す図

【図10】 摺動相手材にサンドブラストを施した場合の各種表面処理とゴーリング発生時の回数との関係を示す図、

【図11】 本発明に係る樹脂被膜の膜厚と磷酸系化成処理被膜層の膜厚及び相対する摺動面の表面粗さとの関係を示す図、

【図12】 本発明に係る樹脂被膜厚みと表面粗さにおける耐焼付き性との関係を示す図、

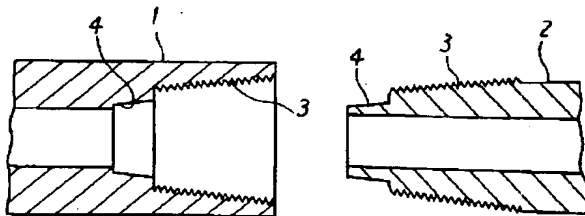
【図13】 相対する摺動面粗さでのメーク・ブ레이크回数と樹脂被膜厚みの減少過程を示す図である。

【符号の説明】

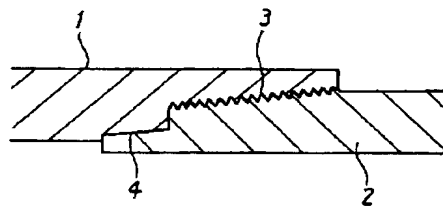
- 1 ボックス
- 2 ピン
- 3 ネジ部
- 4 金属接触部
- 5 磷酸系化成処理被膜層
- 6 樹脂被膜層
- 7 相対する摺動面

特許出願人 新日本製鐵株式会社 他1名代理人 弁理士 椎 名 彊

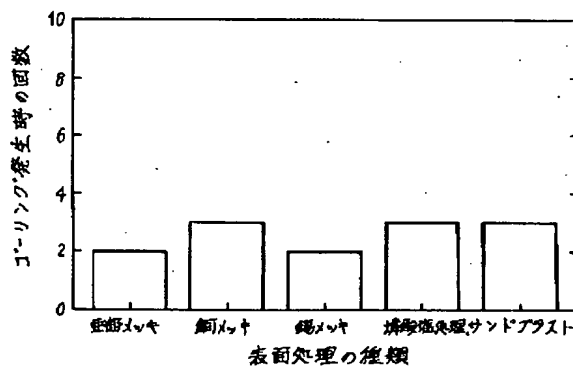
【図1】



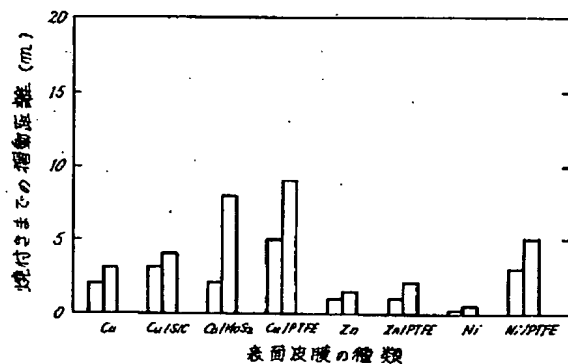
【図2】



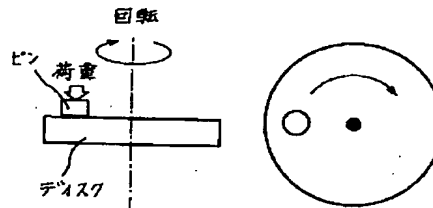
【図3】



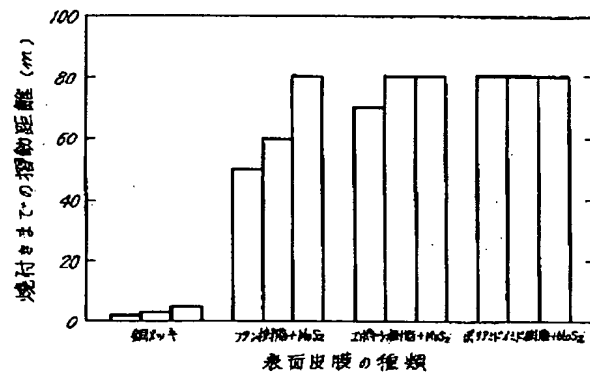
【図5】



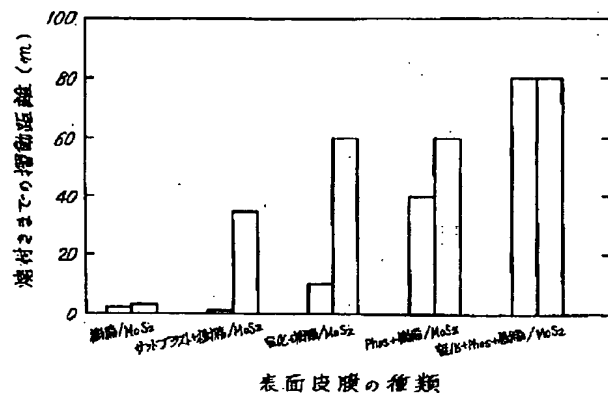
【図4】



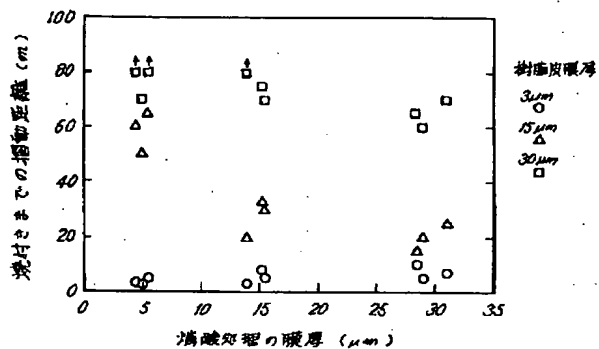
【図6】



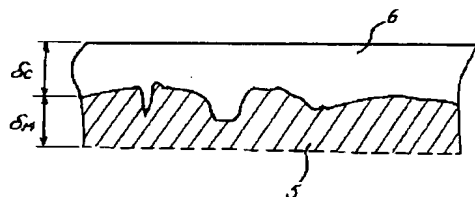
【図7】



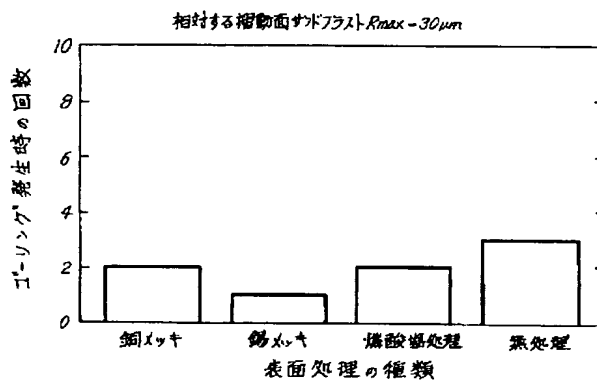
【図8】



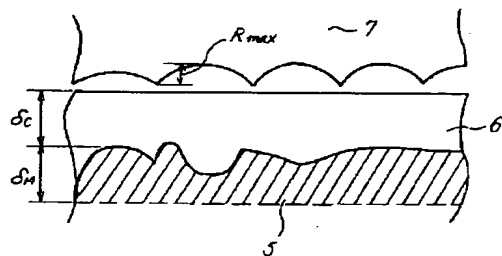
【図9】



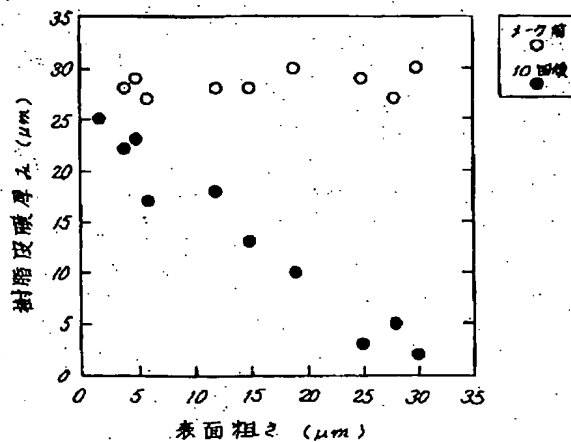
【図10】



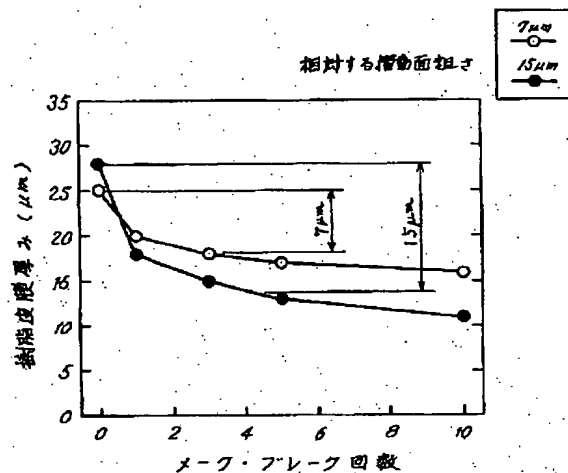
【図11】



【図12】



【図13】



フロントページの続き

(72)発明者 永吉 治之

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新  
日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(72)発明者 中島 晃

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新  
日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(72)発明者 樋口 征順

福岡県北九州市戸畑区沢見一丁目7-5-  
208

(72)発明者 井上 隆介

福岡県北九州市小倉北区熊谷2-28-12